

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



EJU

REC'D 16 NOV 2000

WIPO

PCT

Ep 00/08830

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 199 43 496.4

**Anmeldetag:** 10. September 1999

**Anmelder/Inhaber:** Südzucker AG, Mannheim/Ochsenfurt,  
Mannheim/DE

**Bezeichnung:** Direkt verpreßbarer Rohstoff für Komprimat

**IPC:** A 23 L, A 61 K, A 23 G

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 14. September 2000  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Ebert

# **Gleiss & Große**

Patentanwälte Rechtsanwälte  
München Stuttgart

Dr. jur. Alf-Olav Gleiss, Dipl.-Ing. PA  
Rainer Große, Dipl.-Ing. PA  
Dr. Andreas Schrell, Dipl.-Biol. PA  
Dr. Frhr. v. Uexküll, Dipl.-Chem. PA  
Torsten Armin Krüger RA  
Dr. Wilhelm Heuer, Dipl.-Phys. PA\*  
Torsten Bettinger, LL.M. RA

PA: Patentanwalt  
European Patent Attorney  
European Trademark Attorney  
RA: Rechtsanwalt, Attorney-at-law

D-70469 STUTTGART  
MAYBACHSTRASSE 6A  
Telefon: +49(0)711 81 45 55  
Telefax: +49(0)711 81 30 32  
Telex: 72 27 72 jura d  
e-mail: jurapat@aol.com

D-80469 MÜNCHEN\*  
MORASSISTRASSE 20  
Telefon: +49(0)89 21578080  
Telefax: +49(0)89 21578090  
e-mail: GGpat@aol.com

In cooperation with  
Shanghai Hua Dong Patent Agency  
Shanghai, China

## **Patentanmeldung**

---

**Direkt verpreßbarer Rohstoff für Komprimate**

---

**SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT**  
Mannheim/Ochsenfurt  
Maximilianstraße 10

**68165 MANNHEIM**

### Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines agglomerierten, fließfähigen Produktes aus Isomaltulose; Isomalt und/oder Isomalt-Varianten, daraus hergestellte Komprimatate sowie Verfahren zur Herstellung der Agglomerate und Komprimatate.

Komprimatate sind aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehende Genuß-, Arznei- oder auch Nahrungsmittel. Komprimatate enthalten dementsprechend im allgemeinen ein Träger- oder Verdünnungsmittel, Bindemittel, Trenn- oder Gleitmittel sowie die aktiven Wirkstoffe, wie Geschmacksstoffe, Arzneistoffe oder Süßungsmittel. Als Träger- beziehungsweise Verdünnungsmittel wird häufig Saccharose, Lactose, Glucose, Stärke oder Mannit verwendet.

Die EP-B1 0 028 905 offenbart Isomaltulose enthaltende Tabletten und Verfahren zu deren Herstellung. Die Druckschrift offenbart eine vorteilhafte Verwendung von Isomaltulose als Verdünnungsmittel für die Komprimatherstellung, da Isomaltulose direkt ohne Bindemittel und ohne kontrollierte Granulierung verpreßt werden könne. Gemäß dieser Druckschrift wird direkt aus der enzymatischen Umwandlung von Saccharose zu Isomaltulose hergestellte kristallisierte Isomaltulose für die Tablettierung verwendet.

Die DE 196 39 343 C2 offenbart Isomalt und Isomalt-Varianten enthaltende Komprimat. Die Herstellung der Komprimat erfolgte durch einfaches Verpressen der Einzelkomponenten ohne eine spezielle mechanische und/oder chemische Behandlung der Einzelkomponenten vorzusehen.

Aus der EP-A1 0 625 578 gehen Isomalt-Varianten hervor, jedoch keine Komprimat, die diese Süßungsmittel enthalten.

Die im Stand der Technik bekannten Isomaltulose-, Isomalt- und Isomalt-Varianten-haltigen Komprimat zeichnen sich allesamt durch die Notwendigkeit aus, vergleichsweise hohe Preßdrücke bei der Komprimat-Herstellung einzusetzen, wobei vergleichsweise nur geringe Tablettenhärten erzielt werden können. Zudem sind die Komprimat des Standes der Technik hinsichtlich ihrer sensorischen Eigenschaften verbesserungsfähig, zeigen zum Beispiel Rauigkeit beim Zerbeißen sowie nachteiliges Bruchverhalten und ein verbesserungsfähiges Ablutschverhalten.

Das der vorliegenden Erfindung zugrundeliegende technische Problem besteht also darin, ein Verfahren zur Herstellung von Komprimaten aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten bereitzustellen, welches die vorgenannten Nachteile überwindet, insbesondere in der Lage ist, unter Verwendung möglichst niedriger Preßdrücke Komprimat großer Härte herzustellen, die sich durch verbesserte sensorische Eigenschaften und ein verbessertes Bruchverhalten auszeichnen.

Die vorliegende Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem durch die Bereitstellung

eines Verfahrens zur Herstellung eines agglomerierten, getrockneten und fließfähigen Produktes aus Isomaltulose, Isomalt und/oder wenigstens einer Isomalt-Variante, wobei eine Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten-haltige Lösung oder Suspension unter Zufuhr von Trockenluft auf beziehungsweise in ein Pulver aus Isomaltulose, Isomalt und/oder wenigstens einer Isomalt-Variante gesprüht, das so erhaltene agglomerierte Produkt einer Nachtrocknung und Kühlung unterzogen und ein agglomeriertes, fließfähiges und getrocknetes Produkt erhalten wird. Die Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem auch durch die Bereitstellung eines gemäß des vorliegenden Verfahrens hergestellten fließfähigen, getrockneten Agglomerats sowie eines Verfahrens zur Herstellung eines Komprimates aus einem wie vorstehend erhaltenen fließfähigen Agglomerat, wobei dieses mit Hilfsstoffen und/oder Aromen versetzt und anschließend verpreßt wird.

Die Erfindung sieht also vor, daß aus einem oder mehreren der Edukte Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Variante ein agglomeriertes, fließfähiges Produkt hergestellt wird, indem eine Lösung oder/und Suspension eines oder mehrerer der Edukte unter Zufuhr von Trockenluft auf beziehungsweise in ein Pulver von Isomaltulose, Isomalt und/oder einer Isomalt-Variante gesprüht wird. In vorteilhafter Weise sieht die Erfindung eine Zufuhr von Lösung und Pulver eines identischen Eduktes vor, das heißt, die Zufuhr einer Isomalt-Lösung zu einem Isomalt-Pulver, die Zufuhr von einer Isomaltulose-Lösung zu einem Isomaltulose-Pulver und die Zufuhr einer Lösung einer Isomalt-Variante zu einem Pulver

einer Isomalt-Variante beziehungsweise jeweils einer Suspension. Im Anschluß an die so durchgeführte Sprühtrocknung wird das so erhaltene agglomerierte Produkt einer Nachrocknung und einer Kühlung unterzogen und ein agglomiertes, kristallines und fließfähiges Produkt erhalten. Dieses agglomerierte, fließfähige im Kontext der vorliegenden Erfindung auch als Agglomerat bezeichnete getrocknete Produkt zeichnet sich durch eine gute Löslichkeit, eine gute Streufähigkeit, ein geringes Schüttgewicht und eine gute Verpreßbarkeit aus. Es eignet sich daher in hervorragender Weise als Ausgangsstoff für die Komprimat-Herstellung und ist auch Gegenstand der Erfindung. Das erhaltene Agglomerat aus Isomaltulose, Isomalt und/oder einer oder mehreren Isomalt-Varianten kann zum Beispiel als Süßungsmittel oder als Füllstoff (bulking agent) in zum Beispiel einem Komprimat eingesetzt werden.

Die erfindungsgemäße Sprühtrocknung kann in bevorzugter Ausführungsform der Erfindung vorteilhafterweise mittels eines Sprühbandtrockners, umfassend einen Sprühturm, der oberhalb einer beweglichen Oberfläche, zum Beispiel eines Gewebebandes, angeordnet ist, durchgeführt werden. In vorteilhafter Weise wird in einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung am Kopfende des Sprühturmes getrennt voneinander die Edukt-Lösung oder -Suspension und, vorzugsweise vermahlene, insbesondere recycalisierte, Pulver zugeführt. Im Gleichstrom dazu wird in vorteilhafter Weise die Trocknungsluft zugeführt. Das zugeführte Pulver dient als Kristallisationsgrundlage für die Edukt-Lösung oder -Suspension. Die Edukt-Lösung oder -Suspension agglomeriert also das Pulver. Das Pulver und die eingesprühete Edukt-

Lösung beziehungsweise -Suspension fallen miteinander vermischt und einander benetzend sowie agglomerierend im Sprühturm herab, wobei das Wasser der Edukt-Lösung oder -Suspension verdampft und auf dem im unteren Teil des Sprühturms angeordneten Gewebeband eine feuchte Produktschicht abgeschieden wird, daß das so erhaltene agglomerierte Produkt in eine nachfolgende Nachtrocknungs- und Kühlzone transportiert. Selbstverständlich kann der Transport auch mittels zum Beispiel einer Schnecke durchgeführt werden. In der Nachtrocknungs- und Kühlzone findet eine Evaporation und Abkühlung des Agglomerats statt.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung kann vorgesehen sein, daß nach der Kühlung eine Nachkristallisation, beispielsweise in einer Kristallisationstrommel, durchgeführt wird.

Die Erfindung sieht in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform vor, daß das nach der Kühlung gewonnene agglomerierte, getrocknete und fließfähige Produkt, gegebenenfalls nach Durchführung des Nachkristallisationsschrittes, zumindest teilweise gemahlen und in einer besonders bevorzugten Ausführungsform das gemahlene Produkt als Edukt dem vorliegenden Verfahren wieder zugeführt wird, das heißt, als Träger für die eingesprühte Edukt-Lösung oder -Suspension fungiert. Ein Teil des agglomerierten, fließfähigen Produktes wird also in Pulverform überführt und im Verfahren recycclisiert. Die Vermahlung kann in einer Mühle, beispielsweise einer Sichtertermühle, geschehen. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, das Pulver auf eine Körnung von 10 bis

400  $\mu\text{m}$  Partikeldurchmesser, insbesondere 30 bis 300  $\mu\text{m}$ , besonders bevorzugt 50 bis 200  $\mu\text{m}$ , zu vermahlen. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem Partikeldurchmesser von zum Beispiel 30 bis 300  $\mu\text{m}$  verstanden, daß mindestens 90 % der Partikel ( $d_{90}$ ) der Fraktion einen Durchmesser von  $\geq 30$  bis  $\leq 300$   $\mu\text{m}$  aufweisen.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist die Edukt-Lösung oder -Suspension, also die Isomaltulose-, Isomalt- oder Isomalt-Varianten-haltige Lösung oder -Suspension einen Trokensubstanzgehalt von 30 bis 70 Gew.-%, vorzugsweise 60 bis 70 Gew.-%, auf. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist die Edukt-Lösung oder -Suspension eine Temperatur von 50°C bis 90°C, insbesondere 65°C bis 80°C, auf.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird die Edukt-Lösung oder -Suspension in das Pulver mit einem Sprühdruk von 100 bis 200 bar, insbesondere 120 bis 180 bar, eingesprüht.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung beträgt das Mengenverhältnis von Pulver zu Edukt-Lösung oder -Suspension 1:1 bis 3,5:1, vorzugsweise 2,5:1 bis 3,3:1.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung beträgt die Temperatur der Trocknungsluft 120°C bis 180°C, insbesondere 140°C bis 160°C. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung beträgt die Temperatur der Nachtrocknungs- und Kühlluft 20°C bis 80°C, insbesondere 20°C bis 60°C.



Die Erfindung sieht in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform vor, das agglomerierte Produkt über einen Zeitraum von 10 bis 30 min., vorzugsweise 15 bis 25 min., in dem Nachtrocknungs- und Kühlbereich zu belassen, wobei die Produkttemperatur nach Verlassen des Kühlbereichs insbesondere in einem Bereich von 20°C bis 40°C, vorzugsweise 25°C bis 35°C, liegt. Das getrocknete Agglomerat weist einen Wassergehalt von 1,0 - 5 Gew.-%, bevorzugt 1,5 - 3,5 Gew.-% auf. Der Kristallisationsgrad beträgt vorzugsweise > 50%, besonders bevorzugt > 70% und ganz besonders bevorzugt > 90%. Dies führt in vorteilhafter Weise dazu, daß im Endprodukt auftretende plastische Eigenschaften vermieden werden, was aus sensorischen Gründen vorteilhaft ist.

Schließlich sieht die Erfindung in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform vor, daß -sofern eine Nachkristallisation durchgeführt wird- diese über einen Zeitraum von 1 bis 4 Stunden, vorzugsweise 1,5 bis 2,5 Stunden, durchgeführt wird.

Selbstverständlich sieht die Erfindung auch vor, daß das nach dem Sprühtrocknen erhaltene agglomerierte Produkt vor, während oder nach der Nachtrocknung beziehungsweise Kühlung zerkleinert, zum Beispiel gemahlen, und/oder gesiebt wird, beispielsweise mittels einer Taumelsiebmaschine. Dadurch lassen sich Fraktionen mit genau definierten Partikelgrößen gewinnen und abtrennen und der Weiterverarbeitung oder Recyclisierung zuführen.

Die Erfindung sieht in vorteilhafter Weise in bevorzugter Ausführungsform auch vor, daß der für die erfindungsgemäße Recyclisierung vorgesehene Anteil

des Agglomerats, also das gemahlene, agglomerierte und fließfähige Produkt permanent, also kontinuierlich, im Kreislauf geführt, das heißt, der eingesprühten Edukt-Lösung oder -Suspension zugeführt wird.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem Komprimat ein aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehendes Genuß-, Arznei- oder Nahrungsmittel verstanden. Ein Komprimat im Sinne der vorliegenden Erfindung ist zum Beispiel eine Tablette. Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Agglomerate zeichnen sich im allgemeinen durch eine gute Fließfähigkeit und gute selbstbindende Eigenschaften aus, die ein Verkleben an einer Presse weitgehend oder ganz unmöglich machen.

Aus dem erfindungsgemäßen Rohstoff, also Agglomerat, hergestellte Komprimare können Hilfs- und Zusatzstoffe, wie Schmiermittel, Binder, Verdünnungsmittel sowie Aromastoffe, Geschmacksstoffe, Trennmittel, Farbstoffe, Süßungsmittel und/oder Arzneistoffe enthalten.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter Isomalt ein auch unter dem Namen Palatinit® bekanntes nahezu äquimolares Gemisch der beiden Stereoisomere 6-O- $\alpha$ -D-Glucopyranosyl-D-sorbit (1,6-GPS) und 1-O- $\alpha$ -D-Glucopyranosyl-D-mannit (1,1-GPM) verstanden. Unter dem Begriff Isomalt-Varianten werden 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltige Gemische verstanden, die sich beispielsweise durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralko-

hole wie 1,1-GPS (1-O- $\alpha$ -D-Glucopyranosyl-D-sorbit) enthalten. Derartige Gemische gehen beispielsweise aus der EP-A1 0 625 578 hervor, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der 1,1-GPM- und 1,6-GPS-haltigen Zuckeralkoholgemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. Isomalt-Varianten können daher beispielsweise Gemische aus 10 bis 50 Gew.-% 1,6-GPS, 2 bis 20 Gew.-% 1,1-GPS und 30 bis 70 Gew.-% 1,1-GPM oder Gemische aus 5 bis 10 Gew.-% 1,6-GPS, 30 bis 40 Gew.-% 1,1-GPS und 45 bis 60 Gew.-% 1,1-GPM darstellen. Gemäß des Vorstehenden können Isomalt-Varianten auch 1,6-GPS- oder 1,1-GPM-angereicherte Gemische darstellen, also Gemische, wie sie in der DE 195 32 396 C2 beschrieben sind, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der dort beschriebenen Gemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. 1,6-GPS angereicherte Gemische zeichnen sich durch einen 1,6-GPS-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 43 bis 1 Gew.-% aus, während sich 1,1-GPM-haltige Gemische durch einen 1,6-GPS-Anteil von 1 bis 43 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% auszeichnen. Selbstverständlich können die vorgenannten Isomalt-Varianten oder das Isomalt weitere Stoffe wie Mannit, Sorbit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide sowie gegebenenfalls Glucose, Fructose und/oder Saccharose, Trehalulose oder Isomaltose enthalten.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer Isomalt-, Isomalt-Varianten- oder Iso-

maltulose-haltigen Lösung oder Suspension eine Lösung oder Suspension des oder der Edukte in Wasser verstanden.

Die Erfindung sieht in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der vorliegenden Lehre vor, nach dem Agglomerieren, der Nachrocknung und Kühlung, aber vor dem Verpressen des Agglomerats, eine Größensfraktionierung, insbesondere eine Abtrennung von Überkorn und Stäuben, der agglomerierten Produkte durchzuführen. Dabei kann vorzugsweise eine Siebmaschine mit einer Siebbelegung von beispielsweise 0,8 mm bis 0,1 mm vorgesehen sein.

In einem weiteren Verfahrensschritt kann erfindungsgemäß vorgesehen sein, das agglomerierte und gegebenenfalls nach der Agglomeration fraktionierte Produkt direkt zu verpressen, das heißt Komprimat herzustellen. Dabei kann vorgesehen sein, den Agglomeraten Hilfs- oder Zusatzstoffe, wie Trenn- oder Gleitmittel, Wirkstoffe, oder die nachfolgend genannten Stoffe etc., hinzuzufügen. Derartige Stoffe können Geschmacks- oder Aromastoffe, Süßstoffe, lebensmittelverträgliche Säuren, Sprengmittel, Farbstoffe, Vitamine, Mineralien, Süßstoffe, Wirkstoffe, die auch hinsichtlich der Auslobung vorteilhafter Eigenschaften gezielt eingesetzt werden können, Monosaccharide, Disaccharide, Monosaccharidalkohole, Disaccharidalkohole, Stärke, Stärkederivate, Pektin, Polyvinylpyrrolidon, Cellulose, Cellulosederivate, Stearinsäure oder deren Salze, Inulin, Oligofructose oder functional foods sein. Alternativ können die genannten Hilfs- oder Zusatzstoffe direkt zur Eduktlösung oder Suspension gegeben und sprühgetrocknet

werden, d.h. vor der Herstellung der Agglomerate den Edukten zugeführt werden. Erfindungsgemäß kann also z.B. Inulin, besonders bevorzugt in einer Menge bis zu 30 Gew.-% dem Agglomerat oder dem Edukt zugesetzt werden. Den Agglomeraten oder dem Edukt können auch Sorbit, Mannit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide, Xylit oder Zucker, wie Saccharose, Glucose, Lactose, Fructose oder Xylose, zugefügt werden. In vorteilhafter Weise liegt der Anteil dieser Stoffe, bezogen auf das Gesamt-trockengewicht, bei einer Menge von weniger als 30 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 25, 20, 15, 10 oder 5 Gew.-%. In besonders vorteilhafter Ausführungsform sind die erfindungsgemäß hergestellten Komprimate zuckerfrei. In einer weiteren Ausführungsform können die Komprimate Xylit-frei sein. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind die erfindungsgemäßen Komprimate brennwertreduziert, für Diabetiker-geeignet, zahnfreundlich, bifidogen oder blutfett-reduzierend.

Den Agglomeraten oder dem Edukt können ferner Intensiv-Süßstoffe, wie Dipeptid-Süßstoffe, Saccharin, Acesulfam-K, Aspartam, Cyclamat, Glycyrrhizin, Taumatin, Saccharin, Steveoside, Neohesperidin-Dihydrochalkon und/oder Sucralose zugefügt werden. In vorteilhafter Weise enthalten die erfindungsgemäßen Komprimate zudem Geschmacks- oder Aromastoffe, wie Citronen- oder Pfefferminz-Aroma. Die erfindungsgemäßen Komprimate können auch lebensmittelverträgliche Säuren, wie Ascorbinsäure oder Citronensäure, sowie als Gleitmittel Fettsäuren oder deren Salze, wie Magnesiumstearat oder Natriumstearat, enthalten. Schließlich kann vorgesehen sein, daß in den erfindungsgemäßen Komprimaten

Farbstoffe und/oder Sprengmittel, wie Bicarbonat oder Carboxymethylcellulose, enthalten sind.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist vorgesehen, Komprimate bereitzustellen, die pharmazeutisch aktive Wirkstoffe in den Mund- und Rachenraum bringen und dort freisetzen können. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung sind unter pharmazeutisch aktiven Wirkstoffen Substanzen zu verstehen, die einen erwünschten prophylaktischen oder therapeutischen Effekt auf den menschlichen oder tierischen Körper haben. Diese Substanzen dienen also insbesondere der Prophylaxe oder Therapie von Mangelzuständen oder Krankheitsbildern. Erfindungsgemäß können beispielsweise Enzyme, Coenzyme, Mineralstoffe, Vitamine, Antibiotica, microbizid oder fungizid wirkende Stoffe, Nikotin, Coffein, Zink, Eukalyptus, Menthol, Codein, Phenacetin, Acetylsalicylsäure oder andere pharmazeutisch aktive Stoffe in die Komprimate eingeschlossen werden. Die pharmazeutisch aktiven Wirkstoffe sind in einer Menge vorzusehen, die den erwünschten pharmazeutischen Effekt bewirken. Die schonende Verarbeitbarkeit der Komprimate macht die erfindungsgemäßen Komprimate besonders geeignet, pharmazeutisch aktive Wirkstoffe in den Mund- und Rachenraum zu verbringen.

Die Erfindung betrifft auch die mittels der vorgenannten Verfahren hergestellten Komprimate, insbesondere in Form von Lutsch-, Brause- oder Kau-tabletten.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung in Einzelheiten.

Beispiel 1: Herstellung von Agglomeraten

Als Edukte wurde Isomalt (nahezu äquimolares Gemisch aus 1,1-GPM und 1,6-GPS) sowie eine Isomalt-Variante (Zusammensetzung: 1,1-GPM  $\approx$  51%; 1,6-GPS  $\approx$  38%; Sorbit  $\approx$  4%; Mannit 2%; sonstige  $\approx$  5%, jeweils Gew.-%, auf Trockensubstanz) eingesetzt.

Die Sprühtrocknung fand in einem Sprühbandtrockner statt, der einen Sprühturm und ein unter dem Sprühturm angeordnetes Gewebeband umfaßt.

Am Kopfbende des Sprühturms wird eine 60 bis 70 Gew.-%ige Lösung der Edukte (bezogen auf Trockensubstanz) (Temperatur der Produktlösung: 65°C bis 80°C) und vermahlenes Trockenprodukt (Körnung 100 bis 300  $\mu$ m) so zugeführt, daß eine möglichst vollständige Vermischung von Lösung und Pulver stattfindet. Der Sprühdruk der Edukt-Lösung betrug 120 bis 180 bar. Das Mengenverhältnis Pulver zu Edukt-Lösung betrug 3:1. Im Gleichstrom dazu wird Trocknungsluft mit einer Temperatur von 140°C bis 160°C zugeführt. Während der Fallzeit im Sprühturm verdampft das Wasser der Edukt-Lösung und eine aus dem Agglomerat gebildete Produktschicht wird auf dem Gewebeband abgeschieden. Das Gewebeband transportiert das Agglomerat in eine sich anschließende Nachrocknungs- und Kühlzone, die mit einer Nachrocknungs- und Kühlluft mit einer Temperatur von 20°C bis 60°C beaufschlagt wird. Das Produkt verbleibt in dem Nachrocknungs- und Kühlbereich für 15 bis 25 min. und weist eine Temperatur von 25°C bis 35°C nach Verlassen des Kühlbereichs auf. Gege-

benenfalls kann eine Nachkristallisation in einer Trommel durchgeführt werden, vorzugsweise mit einer mittleren Verweilzeit von 1,5 bis 2,5 Stunden. Anschließend wird das Produkt zum Teil gemahlen und kontinuierlich als feines Pulver mit einem Partikeldurchmesser von 30 bis 300  $\mu\text{m}$  zum Sprühturm zurückgeführt und dort in Kontakt mit eingesprühter Edukt-Lösung gebracht. Ein anderer Teil wird ausgeschleust, abgesackt und weiterverarbeitet.

Die so erhaltenen Agglomerate werden mittels einer Taumelsiebmaschine der Firma Allgaier mit einer Siebbelegung 0,8 mm bis 0,1 mm fraktioniert. Es wurden Siebfractionen folgender Körnung hergestellt:

0,10 bis 0,20 mm  
0,20 bis 0,30 mm  
0,30 bis 0,40 mm  
0,40 bis 0,50 mm  
0,50 bis 0,63 mm  
0,10 bis 0,63 mm.

In der nachstehenden Tabelle werden diese Fraktionen enthaltenden Komprimatrezepturen mit 01 - 02, 02 - 03, 03 - 04, 04 - 05, 05 - 06, 01 - 06 bezeichnet.

Die erhaltenen Fraktionen werden nach folgender Rezeptur zu verpreßbaren Komprimatmischungen zubereitet.



Rezeptur:

Isomalt oder Isomalt-Variante	98,41 %
Mg-Stearat:	0,50 %
Menthol L	0,30 %
Aroma-Pfefferminz	0,80 %
Acesulfam-K	0,15 %
Aspartam	0,15 %

Alle Angaben in Gew.-%, bezogen auf Gesamttrockengewicht des Komprimates.

Die nachfolgende Tabelle I zeigt chemisch-physikalische Parameter der eingesetzten Komprimat-Mischungen auf.

Rezeptur	Wassergehalt	d <sub>05</sub>	d <sub>95</sub>	d <sub>10</sub>	n	Schüttdichte	Stampfdichte	Rieselzeit
	%	mm	mm	mm		g/cm <sup>3</sup>	g/cm <sup>3</sup>	s
1. Isomalt 01-02	2,5	0,33	0,15	0,27	5,3	0,59	0,6	2,6
1. Isomalt 02-03	2,5	0,36	0,22	0,32	8,2	0,54	0,55	2,9
1. Isomalt 03-04	2,5	0,45	0,25	0,38	6,9	0,53	0,53	3,0
1. Isomalt 04-05	2,5	0,5	0,3	0,44	8,1	0,49	0,49	3,0
1. Isomalt 05-06	2,5	0,5	0,3	0,44	8,1	0,49	0,49	2,8
1. Isomalt 01-06	2,5	0,46	0,18	0,36	4,4	0,52	0,53	3,5
2. Isomalt 01-02	2,6	0,35	0,17	0,29	5,6	0,56	0,56	3,6
2. Isomalt 02-03	2,5	0,39	0,2	0,33	6,1	0,54	0,55	4,6
2. Isomalt 03-04	2,6	0,48	0,28	0,41	7,3	0,52	0,53	3,2
2. Isomalt 04-05	2,6	0,5	0,34	0,45	10,1	0,49	0,49	3,0
2. Isomalt 05-06	2,8	0,6	0,38	0,53	8,7	0,47	0,47	11,7*
2. Isomalt 01-06	2,6	0,45	0,23	0,38	6,1	0,53	0,54	2,9

Tabelle I

Tabelle (1. Isomalt: (ca. äquimolares Verhältnis  
GPM und GPS);

2. Isomalt: (ca. 51% 1,1-GPM, ca. 38% 1,6-  
GPS, ca. 4% Sorbit, ca. 2%  
Mannit, ca. 5% sonstige))

Bestimmung der Rieselfähigkeit und der Rieselzeit  
nach DIN 53194 und DIN 53492

Art der Düse zur Bestimmung der Rieselfähigkeit:

15 mm Durchmesser : \*,  
sonst 25 mm Durchmesser.

Bestimmung der Schütt- und Stampfdichtigkeit nach  
DIN 53194

Die vorgenannten Mischungen für die Komprimat-  
Versuche wurden im Pflugscharmischer der Firma  
Lödige hergestellt. Die Mischzeit lag bei 1,5 min.  
Die Zudosierung der Einzelkomponenten erfolgte über  
eine Öffnung in der Deckelklappe des Mixers. Die  
Induzierung der flüssigen Komponente (Pfefferminz-  
Aroma) erfolgte über eine Verdüse-Einrichtung. Nach  
Beendigung des Mischvorganges wurden die Mischungen  
in PE-Säcken von je 5 kg abgefüllt und verschweißt.

Anschließend wurden mit den so erhaltenen Mischun-  
gen mittels einer FETTE PT 2090 Rundläuferpresse  
runde Tabletten mit einem Durchmesser von 18 mm und  
Facette, einer Steghöhe von 0,35 bis 0,37 mm und  
einem Gewicht zwischen 850 mg bis 1000 mg herge-  
stellt.

### Beispiel 2: Bruchkraftvergleiche

Die folgende Tabelle II zeigt einen Bruchkraftvergleich zwischen Isomalt FE (Stand der Technik) und den erfindungsgemäßen Komprimaten aus Isomalt (1. Isomalt 03 - 04) und einer Isomaltvariante (2. Isomalt 03 - 04) (vgl. Tabelle I). Es zeigt sich, daß bei gleicher Preßkraft erheblich stabilere Komprimat erhalten werden können, wenn erfindungsgemäß hergestellte Agglomerate eingesetzt werden.

Bruchkraftvergleich Isomalt Typ FE und agglomerierte Typen

	Isomalt Typ FE* (d 95 ca. 300 $\mu\text{m}$ )	1. Isomalt 03-04 (d 95 = 0,25 $\mu\text{m}$ )	2. Isomalt 03-04 (d 95 = 0,28 $\mu\text{m}$ )
Bruchkraft in N	62	201	220
Preßkraft in kN	50	50	50

\*Stand der Technik

Tabelle II

# Gleiss & Große

Patentanwälte Rechtsanwälte  
München Stuttgart

## Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines agglomerierten, fließfähigen Produktes aus Isomaltulose, Isomalt und/oder einer Isomalt-Variante, wobei eine Isomaltulose-, Isomalt- oder eine Isomalt-Varianten-haltige Lösung oder Suspension unter Zufuhr von Trockenluft in ein Pulver von Isomaltulose, Isomalt und/oder einer Isomalt-Variante gesprüht, das so erhaltene agglomerierte Produkt einer Nachtrocknung und Kühlung unterzogen sowie ein agglomeriertes, fließfähiges Produkt erhalten wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei im Anschluß an die Kühlung des nachgetrockneten Produktes eine Nachkristallisation stattfindet.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei im Anschluß an die Kühlung oder die Nachkristallisation zumindest ein Teil des erhaltenen agglomerierten, fließfähigen Produktes vermahlen wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei ein Teil des vermahlenen Pulvers als Edukt in das Verfahren gemäß Anspruch 1, 2 oder 3 eingeführt wird.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Isomaltulose-, Isomalt- und/oder Isomalt-Varianten-haltige Lösung oder Suspension

einen Trockensubstanz-Gehalt von 30 bis 70 Gew.-% aufweist.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Isomaltulose-, Isomalt- und/oder Isomalt-Varianten-haltige Lösung oder Suspension eine Temperatur von 50°C bis 90°C aufweist.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Isomalt-, Isomaltulose- und/oder Isomalt-Varianten-haltige Lösung oder Suspension unter einem Sprühdruk von 100 bis 200 bar in das Pulver gesprüht wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Pulver eine Körnung von 50 bis 400 µm aufweist.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Mengenverhältnis von Pulver zu Edukt-Lösung oder Suspension 1:1 bis 3,5:1 beträgt.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Trocknungsluft eine Temperatur von 120°C bis 180°C aufweist.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Nachtrocknung und die Kühlung unter Zufuhr von Luft mit einer Temperatur von 20°C bis 80°C stattfindet.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Nachtrocknung und die Kühlung über einen Zeitraum von 10 bis 30 min. stattfindet.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Nachkristallisation über einen Zeitraum von 1 bis 4 Stunden stattfindet.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Isomaltulose-, Isomalt- oder eine Isomalt-Varianten-haltige Lösung oder Suspension zusammen mit Hilfs-, Zusatz-, Wirkstoffen, Trennmitteln, Gleitmitteln, Geschmacksstoffen, Aromastoffen, Süßstoffen, lebensmittelverträglichen Säuren, Sprengmitteln oder Farbstoffen sprühgetrocknet wird.

15. Agglomerat, herstellbar nach einem der Verfahren der vorhergehenden Ansprüche.

16. Verfahren zur Herstellung eines Komprimates, wobei ein Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14 durchgeführt und das erhaltene Agglomerat zu einem Komprimat verpreßt wird.

17. Verfahren nach Anspruch 16, wobei dem Agglomerat vor dem Verpressen Hilfs-, Zusatz-, Wirkstoffe, Trennmittel, Gleitmittel, Geschmacksstoffe, Aromastoffe, Süßstoffe, lebensmittelverträgliche Säuren, Sprengmittel oder Farbstoffe zugefügt werden.

18. Komprimat, herstellbar nach einem der Verfahren der Ansprüche 16 oder 17.

# Gleiss & Große

Patentanwälte Rechtsanwälte  
München Stuttgart

## Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren zur Herstellung von Agglomeraten und Komprimaten, die Isomaltulose und/oder hydrierte Isomaltulose enthalten.